



MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

## BREVET D'INVENTION

SERVICE

P.V. n° 946.455

N° 1.523.110

de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

Classification internationale :

C 01 c // C 06 b

Procédé de fabrication de nitrate d'ammonium particulière.

Société dite : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED résidant en Grande-Bretagne.

Demandé le 3 septembre 1963, à 16<sup>h</sup> 35<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré par arrêté du 25 mars 1968.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 18 du 3 mai 1968.)

(Demande de brevet déposée en Grande-Bretagne le 3 septembre 1962, sous le n° 33.684/1962, au nom de la demanderesse.)

La présente invention concerne la fabrication de nitrate d'ammonium particulière convenant particulièrement dans les compositions d'explosifs lorsqu'on les mélange avec du fuel oil.

Ces compositions explosives trouvent leur application comme agents de sautage industriels mais on a souvent rencontré des difficultés dues à l'aptitude du nitrate d'ammonium à absorber la proportion d'huile nécessaire pour donner un explosif ayant un pouvoir maximum (environ 6 %). Par exemple du nitrate d'ammonium granulaire normal n'absorbe qu'environ 2 % de son propre poids d'huile.

Par conséquent, la présente invention se propose de fournir du nitrate d'ammonium sous une forme convenant particulièrement bien dans les compositions explosives de nitrate d'ammonium/huile.

Conformément à l'invention, celle-ci fournit un procédé de fabrication de nitrate d'ammonium particulière, procédé consistant à mélanger des grains de nitrate d'ammonium pratiquement anhydre avec de l'eau dans des proportions telles que la teneur en eau du mélange ne dépasse pas 10 % en poids, à une température inférieure à la température de fusion du mélange et pendant une durée suffisante pour dissoudre une portion de la surface des grains, puis à sécher le mélange résultant sous des conditions éliminant complètement la dissolution des grains. Si la durée de mélange est insuffisante pour dissoudre la portion superficielle relativement dure des grains, la capacité d'absorption d'huile du produit sera inférieure à celle que l'on désire obtenir.

L'eau peut être ajoutée telle qu'elle sous la forme d'une solution aqueuse de nitrate d'ammonium. Dans l'un et l'autre cas, après que les grains de nitrate d'ammonium et d'eau aient été intimement mélangés, l'eau est saturée de nitrate d'ammonium à la température du mélange. Il est préférable d'ajouter l'eau sous la forme d'une solution concentrée

de nitrate d'ammonium à la température du mélange de manière que la quantité du grain initial dissoute soit maintenant faible. Le nitrate d'ammonium ajouté dans la solution concentrée est récupéré dans le produit final, dont les grains sont par conséquent plus gros qu'ils ne le seraient si le nitrate d'ammonium était imbibé d'eau seulement.

Le stade de mélange est commodément effectué soit à la température ambiante en utilisant du nitrate d'ammonium refroidi soit à une température quelque peu plus élevée en utilisant du nitrate d'ammonium chaud fraîchement préparé. Une durée d'humidification comprise entre 10 et 20 minutes s'est avérée donner le meilleur produit. Pendant le séchage, la température du mélange ne doit pas être élevée au point de provoquer une dissolution excessive des grains dans l'eau. Si le milieu de séchage est de l'air chaud utilisé dans un système de séchage à contre courant, il est possible d'utiliser l'air qui est initialement à une température supérieure à la température de fusion du mélange étant donné qu'il ne rentre en contact qu'avec des grains relativement secs lorsqu'il est à sa température initiale. La dissolution des grains peut être réduite en ajoutant au mélange avant séchage, une quantité du produit déjà séché consistant, par exemple, en une fraction anormalement fine du produit particulière. Ces grains de produits ajoutés augmentent par conséquent de dimension et le rendement en grosses particules est amélioré. Le séchage est de préférence effectué dans un séchoir rotatif, étant donné qu'il conduit à un produit qui consiste en grains sphériques qui présentent des propriétés d'écoulement intéressantes.

Avec les qualités que l'on trouve normalement de nitrate d'ammonium cristallin, on obtient des produits satisfaisants lorsque la teneur en eau du mélange est de 7,5 % et cette teneur semble être la teneur optimum d'eau. On peut cependant obtenir des produits analogues en utilisant moins d'eau et

en prolongeant la durée du mélange.

Le mélange des grains de nitrate d'ammonium pendant au moins 15 minutes avec une quantité de solution saturée chaude de nitrate d'ammonium de manière à obtenir une teneur en eau de 7,5 % dans le mélange et le séchage dans un séchoir rotatif donne un produit qui absorbe plus de 6 % d'huile, laissant la surface des granules essentiellement sèche, et dont la densité apparente est au moins de 20 % inférieure à celle de la matière de départ. Ce produit se manipule bien dans les appareils à chargement à air comprimé et il possède des propriétés explosives satisfaisantes lorsqu'on le traite avec l'huile.

L'invention est illustrée par les exemples nullement limitatifs suivants dans lesquels les parties et les pourcentages sont en poids.

*Exemple 1.* — On mélange dans un mélangeur à palette rotative pendant 15 minutes, 85 parties d'un nitrate d'ammonium cristallisé par pulvérisation et 15 parties d'une solution aqueuse à 50 % de nitrate

d'ammonium. On charge le mélange résultant avec environ 15 parties de la fraction du produit passant au tamis à ouvertures de mailles de 0,775 mm, de façon continue dans un séchoir rotatif et on sèche au moyen d'un courant d'air admis à contre courant ayant une température d'entrée d'environ 120 °C. On tamise le produit séché de façon grossière sur des tamis à mailles de 2,81 mm. et à mailles de 0,775 mm et on retient la fraction qui est retenue par le tamis à mailles de 2,81 mm que l'on utilise pour préparer la solution de nitrate d'ammonium concentré en vue de son utilisation ultérieure. La fraction passant au tamis à mailles de 0,775 mm, est ajoutée au séchoir de la façon décrite ci-dessus. Le produit retenu sur le tamis à mailles de 0,775 mm, consiste en grains sphériques présentant les dimensions particulières ainsi que les densités apparentes suivantes. Les données correspondantes de dimension et de densité des grains de nitrate d'ammonium utilisé comme matière de départ sont également données ci-après pour les besoins de la comparaison.

	Matière de départ	Produit
% passant au tamis à mailles de 2,06 mm.....	—	98,8
— — — 1,40 mm.....	90	—
— — — 1,00 mm.....	—	14,1
— — — 0,70 mm.....	25	—
— — — 0,50 mm.....	11	3,8
— — — 0,33 mm.....	5	—
Densité apparente à 1,75 kg/cm <sup>3</sup> (g/cm <sup>3</sup> ).....	1,00	0,77

100 parties du produit retiennent et absorbent sans exudation appréciable, 10,5 parties de diesel oil. Lorsque l'on mélange 94,5 parties du produit avec 5,5 parties de diesel oil, le mélange explosif résultant a un pouvoir de 82 % de gélatine de sautage et lorsqu'on l'amorce de façon appropriée, la propagation de la détonation se fait de façon satisfaisante.

*Exemple 2.* — 88 parties d'une qualité plus fine de nitrate d'ammonium cristallisée par pulvérisation que celle utilisée à l'exemple 1 est mélangée dans un mélangeur à pale avec 12 parties d'une solution aqueuse de nitrate d'ammonium contenant

6 parties de nitrate d'ammonium et 6 parties d'eau pendant 15 minutes. On répand sur des plateaux le mélange résultant et on le sèche à l'air dans une étuve à 45 °C pendant 14 heures. Le mélange résultant qui consiste en un gâteau friable est brisé par passage sur un tamis à mailles de 2,81 mm. Le produit présente les dimensions particulières et la densité apparente données au tableau ci-après. Les valeurs correspondantes quant au nitrate d'ammonium utilisé comme matière de départ figurent également à ce tableau pour les besoins de la comparaison :

	Matière de départ	Produit
% passant au tamis à mailles de 0,50 mm.....	98,7	85,5
— — — 0,35 mm.....	93,7	48,5
— — — 0,25 mm.....	80,0	25,0
— — — 0,152 mm.....	29,7	6,8
Densité apparente à 1,4 kg/cm <sup>3</sup> .....	0,97	0,73

100 parties du produit absorbent et retiennent sans exhalation appréciable, 9,5 parties de diesel oil. Lorsque on mélange 94,5 parties du produit avec 5,5 parties du diesel oil, le produit explosif résultant présente des propriétés explosives analogues à celles de l'explosif décrit à l'exemple 1.

*Exemple 3.* — On mélange 88 parties d'un nitrate d'ammonium granulé de qualité grossière avec 15 parties d'une solution aqueuse à 50 % de nitrate d'ammonium pendant 15 minutes. A ce mélange on ajoute environ 15 parties de la fraction du produit qui passe au tamis à mailles de 0,70 mm et on sèche le tout de façon continue dans un séchoir rotatif avec un courant d'air admis à contre cou-

rant ayant une température d'admission d'environ 120 °C.

On tamise le produit séché sur un tamis à mailles de 2,06 mm et de 0,70 mm et la petite fraction retenue sur le tamis à maille de 2,06 mm est utilisée pour la préparation de la solution aqueuse en vue de son usage ultérieur alors que la fraction passant au tamis à mailles de 0,70 mm est ajoutée au mélange humide comme on l'a déjà décrit. La matière de départ ainsi que le produit passant au tamis à mailles de 2,06 mm et retenu sur un tamis à mailles de 0,70 mm présente respectivement les caractéristiques suivantes :

	Matière de départ	Produit
% passant au tamis à mailles de 2,06 mm.....	99	99
— — — — — 1,20 mm.....	69,8	60,2
— — — — — 0,70 mm.....	17,5	12,6
— — — — — 0,50 mm.....	0,3	0,2
Densité apparente à 1,75 kg/cm <sup>2</sup> (g/cm <sup>3</sup> ).....	1,0	0,78-0,80
Humidité (%). <sub>60</sub> .....	0,1	0,1
Absorption d'huile.....	2,5	7-9

Lorsqu'on mélange 94,5 parties du produit avec 5,5 parties de diesel oil, le produit explosif résultant présente des propriétés explosives analogues à celles indiquées à l'exemple 1.

#### RÉSUMÉ

A. Procédé de fabrication de nitrate d'ammonium particulaire, procédé caractérisé par les points suivants pris isolément ou en combinaisons :

1° On mélange des grains de nitrate d'ammonium pratiquement anhydre avec de l'eau dans des proportions telles que la teneur en eau du mélange n'excède pas 10 % en poids, à une température inférieure à la température de fusion du mélange et pendant une durée suffisante pour dissoudre une portion de la surface des grains puis on sèche le mélange résultant sous des conditions qui empêchent la dissolution complète des grains ;

2° L'eau est sous la forme d'une solution concentrée de nitrate d'ammonium à la température du mélange ;

3° On humecte les grains de nitrate d'ammonium

avec de l'eau pendant une durée comprise entre 10 et 15 minutes ;

4° On utilise comme milieu de séchage de l'air chaud admis dans un système de séchage à contre courant ;

5° L'air est initialement à une température supérieure à la température de fusion du mélange nitrate d'ammonium/eau ;

6° On ajoute une quantité du produit déjà séché au mélange nitrate d'ammonium/eau avant son séchage ;

7° On effectue le séchage dans un séchoir rotatif.

B. Nitrate d'ammonium particulaire obtenu par le procédé défini sous A.

C. Explosif consistant en un mélange de nitrate d'ammonium particulaire tel que défini sous A et de fuel oil.

Société dite :  
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

Par procuration :  
SIMONNOT, RINUY & BLUNDELL